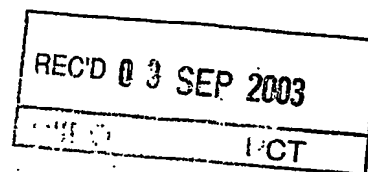




KONGERIKET NORGE
The Kingdom of Norway

Rec'd PCT/PTO 06 JAN 2005
PCT/NO 03 / 00274



Bekreftelse på patentsøknad nr
Certification of patent application no

2002 3865

▶ Det bekreftes herved at vedheftede dokument er nøyaktig utskrift/kopi av ovennevnte søknad, som opprinnelig inngitt 2002.08.15

▶ It is hereby certified that the annexed document is a true copy of the above-mentioned application, as originally filed on 2002.08.15

2003.08.22

Line Reum

Line Reum
Saksbehandler



PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

BEST AVAILABLE COPY



PATENTSTYRET
Styret for det industrielle rettsvern

ADRESSE
Postboks 8160 Dep.
Københavnsgaten 10
0033 Oslo

TELEFON
22 38 73 00
TELEFAX
22 38 73 01

BANKGIRO
8276.01.00192
FORETAKSNUMMER
974528157

Søknad om patent

1a -

02-08-15*20023865

Søkers/fullmektigens referanse
(angis hvis ønsket):

E 1054.0

Skal utfylles av Patentstyret

Behandlerne medlem UP

Int. Cl⁶ B 22 D

Alm. tilgj. 16 FEB 2004

Oppfinnelsens
benevnelse:

Formdeler som er bestandige mot silisiumsmelter og fremgangsmåte for fremstilling av slike formdeler.

Hvis søknaden er
en internasjonal søknad
som videreføres etter
patentlovens § 31:

Den Internasjonale søknads nummer

Den Internasjonale søknads Inngivelsesdag

Søker:
Navn, bopel og adresse.
(Hvis patent søkes av flere:
opplysning om hvem som skal
være beremyndighet til å motta
meddelelser fra Patentstyret på
vegne av søkerne).

(Fortsett om nødvendig på neste side)

Elkem ASA
Hoffsveien 65B
0377 Oslo

☐ Søker er en enkeltperson eller en småbedrift, eller flere slike i fellesskap med fast ansatte som til- sammen utfører 20 årsverk eller mindre (på søknadstidspunktet). Det er søkers ansvar å krysse av her for å oppnå laveste satser for søknadsavgift. NBI se også utfyllende forklaring på siste side.

Oppfinner:

Navn og (privat-) adresse
(Fortsett om nødvendig på neste side)

1. Espen Olsen, Eidsvollsgt. 14, 7030 Trondheim
2. Arve Solheim, Martin Kregnesv. 31, 7091 Tiller
3. Håvard Sørheim, Hølliveien 12, 7052 Trondheim

Fullmektig:

Magne Vindenes, c/o Elkem ASA Patentavdelingen
P.O.Box 8040 Vågsbygd, 4675 Kristiansand

Hvis søknad tidligere
er inngitt i eller
utenfor riket:

(Fortsett om nødvendig på neste side)

Prioritet kreves fra dato sted nr.
Prioritet kreves fra dato sted nr.
Prioritet kreves fra dato sted nr.

Hvis avdelt søknad:

Den opprinnelige søknads nr.: og deres inngivelsesdag

Hvis utskilt søknad:

Den opprinnelige søknads nr.: begjært inngivelsesdag

Deponert kultur av
mikroorganisme:

☐ Søknaden omfatter kultur av mikroorganisme. Oppgi også deponeringssted og nr.

Utlevering av prøve av
kulturen:

☐ Prøve av den deponerte kultur av mikroorganisme skal bare utleveres til en særlig sakkyndig,
jfr. patentlovens § 22 åttende ledd og patentforskriftens § 38 første ledd

Angivelse av tegnings-
figur som ønskes
publisert sammen med
sammendraget

Fig. nr. 1

Teknisk område

Den foreliggende oppfinnelse vedrører formdeler av silisiumnitrid for bruk i forbindelse med metallsmelter, særlig silisiumsmelter, samt en fremgangsmåte for fremstilling av slike formdeler.

5 Teknikkens bakgrunn

Ved krystallisering av rensilisiumsmelter ved rettet størkning og ved krystalltrekking fra rensilisiumsmelter er det kjent å benytte digler fremstilt av kvarts. Kvartsdigler har imidlertid den ulempe at smeltet silisium fukter kvarts og silisium vil derved feste seg til veggene i kvartsdigelen. Videre har kvarts og silisium forskjellige varmeutvidelseskoeffisienter slik at når silisiumsmelte størkner i en kvartsdigel vil det oppstå spenninger i kvartsdigelen som vil ødelegge digelen. Kvartsdigler kan derfor kun benyttes en gang.

Fra JP-59-62199 er det kjent en fremgangsmåte for fremstilling av silisiumnitriddigler for bruk ved trekking av silisiumkrystaller. Diglene ifølge JP-59-62199 fremstilles ved at silisumpulver formes til ønsket form ved kaldpressing hvorefter digelen oppvarmes i inert atmosfære i et første trinn og deretter utfører nitrering ved en høyere temperatur i et andre trinn. Ifølge JP-59-62199 har de fremstilte diglene en tetthet på 85 % av den teoretiske tetthet for silisiumnitrid.

Diglene fremstilt i henhold til JP-59-62199 har en god styrke, men det har vist seg at diglene fuktes av silisium i en slik grad at når diglene benyttes til rettet størkning av silisiumsmelte vil den størknede silisiumingoten festes til veggene i digelen slik at ingoten ikke kan fjernes fra digelen uten at digelen ødelegges. Diglene ifølge JP-59-62199 kan derfor ikke gjenbrukes dersom de anvendes til rettet størkning av silisiumsmelte. Diglene ifølge JP-59-62199 kan heller ikke gjenbrukes dersom de benyttes for krystalltrekking av silisiumenkrystaller.

Beskrivelse av oppfinnelsen

Ved den foreliggende oppfinnelse er man nå kommet frem til silisiumnitridformdeler, så som digler, som ikke fuktes av silisiumsmelte slik at en silisiumsmelte som størknes i en slik digel ikke vil feste seg til digelveggen.

Den foreliggende oppfinnelse vedrører således silisiumnitridformdelene, særlig digler for bruk i forbindelse med rettet størkning og trekking av enkrystaller av rensilisium, hvilke digler er kjennetegnet ved at de utgjøres av Si_3N_4 med en total åpen porøsitet mellom 40 og 60 volum %, og hvor mer enn 50% av den overflaten som utgjøres av porer som bryter overflaten av formdelene består av porer som er større enn den midlere størrelse av Si_3N_4 partiklene.

Ifølge en foretrukket utførelsesform er formdelene belagt med silisiumnitridpartikler med en gjennomsnittlig partikkelsnittstørrelse mindre enn $50\mu\text{m}$.

10 Det er overraskende blitt funnet at Si_3N_4 formdelene med en slik åpen porøsitet og med en slik porestørrelse ikke fuktes av smeltet silisium og har en tilstrekkelig mekanisk styrke til at diglene kan benyttes en rekke ganger for rettet størkning av smeltet silisium.

Den foreliggende oppfinnelse vedrører videre en fremgangsmåte for fremstilling av silisiumnitridformdelene, særlig digler for bruk i forbindelse med rettet størkning av silisium, hvor partikkelformet silisium med en partikkelstørrelse mindre enn $100\mu\text{m}$ formes til en formdel og underkastes nitrering for konvertering av silisiumpartiklene til Si_3N_4 , hvilken fremgangsmåte er kjennetegnet ved at formingen utføres ved et slikt trykk og en slik kornstørrelsesfordeling av silisiumpartiklene at den ferdig nitrerte formdelen har en åpen porøsitet mellom 40 og 60 volum %. Videre må mer enn 50% av den overflaten som utgjøres av porer som bryter overflaten av formdelene bestå av porer som er større enn den midlere størrelse av Si_3N_4 -partiklene.

Formingen av partiklene utføres fortrinnsvis ved at trykk lavere enn 200 MPa og det er spesielt foretrukket å utføre formingen av partiklene med vibrering.

Forsøk ved bruk av Si_3N_4 digler i henhold til oppfinnelsen for rettet størkning av silisiumsmelte har vist at den størknede silisiumingoten ikke eller i svært liten grad hefter til veggene i diglene. Det var meget overraskende at digler med en høy åpen porøsitet av 40 til 60 volum % oppviste denne egenskapen.

Ved å belegge diglene med silisiumnitridpulver hvor gjennomsnittlig partikkelstørrelse er maksimum 50µm hindres enhver hefting av størknet silisium til veggen i digelen.

Kort beskrivelse av tegning

- 5 Figur 1 viser form og dimensjoner på digel fremstilt ifølge eksempel 1.

Detaljert beskrivelse av oppfinnelsen

EKSEMPEL 1

- 10 Det ble fremstilt en Si_3N_4 digel i henhold til oppfinnelsen ved følgende fremgangsmåte. Silisiumpulver med en partikkelstørrelse mindre enn 75µm som selges av Elkem ASA under varemerket SILGRAIN® ble fylt i en form hvor formhulrommet hadde slik form og dimensjoner som vist på figur 1. Silisiumpulveret ble kompaktert ved vibrasjon hvorefter digelen ble nitrert ved en temperatur mellom 1105 og 1380°C i en vertikal rørovn inntil det ble oppnådd en omsetningsgrad av silisium til Si_3N_4 på 97 % av teoretisk omsetningsgrad.
- 15

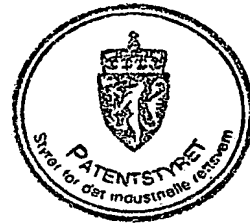
Den fremstilte digelen hadde en åpen porøsitet av 41,25 volum % og en tetthet på 1,85 g/cm³.

- 20 Digelen i henhold til oppfinnelsen ble benyttet for rettet størkning av silisium. Den rettede størkning av silisium ble utført ved å fylle partikkelformet silisium i digelen. Digelen ble deretter plassert i en vertikal rørovn og argon ble tilført for å hindre inntrenging av luft for derved å hindre oksidasjon av digel og silisiumsmelten i ovnen. Silisium ble smeltet i digelen ved 1500°C. Deretter ble digelen senket nedover i ovnen slik at bunnen av digelen ble posisjonert utenfor den varme sonen. I denne posisjonen ble temperaturen senket med 60°C pr. time inntil temperaturen av silisiumet nådde 1375°C. Deretter ble ovnen avkjølt til romtemperatur. Ved undersøkelse ble det funnet at den størknede silisiumingoten kun heftet til digelen på enkelte punkter av digeloverflaten hvor åpen porøsitet var lavere enn 40% og hvor porenes størrelse var mindre enn Si_3N_4 -partiklene.
- 25

EKSEMPEL 2

En digel fremstilt som beskrevet i eksempel 1 ble belagt innvendig med Si_3N_4 pulver. Digelen ble benyttet for rettet størkning av silisium etter fremgangsmåten beskrevet i eksempel 1. Inspeksjon viste at det ikke var

5 noen heft mellom digel og silisiumingoten.



KRAV

1. Silisiumnitridformdeler, særlig digler for bruk i forbindelse med rettet størkning og krystalltrekking av enkrystaller av rensilisium,
5 k a r a k t e r i s e r t v e d at formdelene utgjøres av Si_3N_4 med en total åpen porøsitet mellom 40 og 60 volum %, og hvor mer enn 50% av den overflaten som utgjøres av porer som bryter overflaten av formdelene består av porer som er større enn den midlere størrelsen av Si_3N_4 partiklene.
- 10 2. Formdeler ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at formdelene er belagt med silisiumnitridpartikler med gjennomsnittlig partikkelstørrelse mindre enn $50\mu\text{m}$.
3. Fremgangsmåte for fremstilling av silisiumnitridformdeler, særlig digler for bruk i forbindelse med rettet størkning av silisium, hvor partikkelformet
15 silisium med en partikkelstørrelse mindre enn $100\mu\text{m}$ formes til en formdel og underkastes nitrering for konvertering av silisiumpartiklene til Si_3N_4 , k a r a k t e r i s e r t v e d at formingen utføres ved et slikt trykk og en slik kornstørrelsesfordeling av silisiumpartiklene at den ferdig nitrerte formdelen
20 har en åpen porøsitet mellom 40 og 60 volum % og hvor mer enn 50% av den overflaten av formdelene som utgjøres av porer som bryter overflaten består av porer som er større enn den midlere størrelse av Si_3N_4 partiklene.
4. Fremgangsmåte ifølge krav 3, k a r a k t e r i s e r t v e d at formingen utføres ved et trykk lavere enn 200 MPa.
5. Fremgangsmåte ifølge krav 3, k a r a k t e r i s e r t v e d at
25 formingen utføres ved vibrering.



SAMMENDRAG

/h

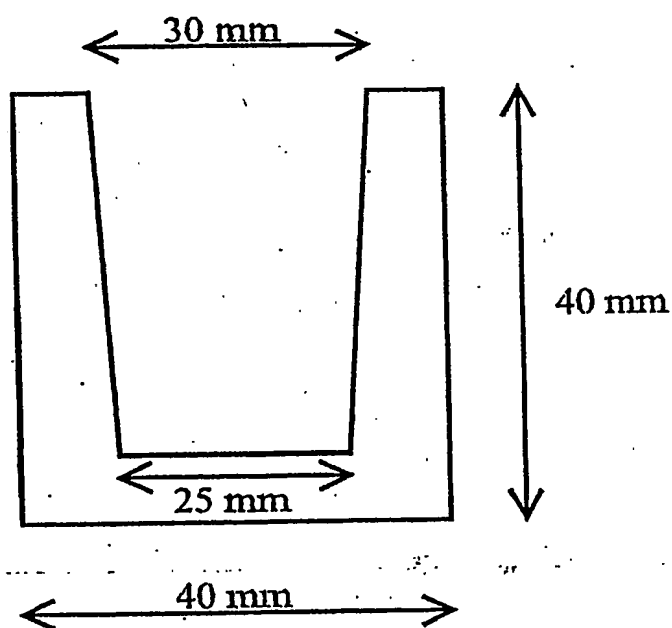
Søknaden vedrører silisiumnitridformdeler, særlig digler for bruk i forbindelse med rettet størkning og krystalltrekking av enkrystaller av rensilisium.

- 5 Formdelene utgjøres av Si_3N_4 med en total åpen porøsitet mellom 40 og 60 volum %, hvor mer en 50% av den overflaten som utgjøres av porer som bryter overflaten av formdelene består av porer som er større enn den midlere størrelsen av Si_3N_4 partiklene.
- 10 Søknaden vedrører videre er fremgangsmåte for fremstilling av silisiumnitridformdelene.



PATENTSTYRET
02-08-15*20023865

14



Figur 1

